

Oppau, den 28. April 1937. I./Ri/Kf.

Über eine Effusometerdüse mit einer für $Re = 200 - 2500$ konstanten Durchflußzahl.1. Einleitung.

Bei der Dichtebestimmung von Gasen mit Hilfe eines Effusometers läßt man nacheinander gleiche Volumina des Gases und von Luft unter gleichen Bedingungen durch eine Düse ausströmen. Nach dem Bunsen'schen Gesetz verhalten sich dann die Dichten wie die Quadrate der Ausströmungszeiten. Bedeutet V das pro Zeiteinheit ausströmende Volumen, q den freien Querschnitt der Düse, Δp die Druckdifferenz an der Düse, γ die Dichte des ausströmenden Gases, so lautet die Ausströmungsgleichung

$$V = \alpha \cdot q \cdot \sqrt{\frac{\Delta p}{\gamma}} \quad (1)$$

α ist darin ein Proportionalitätsfaktor, den man üblich als Durchflußzahl bezeichnet. Voraussetzung für die Richtigkeit der Ergebnisse ist die Gültigkeit dieser Bunsen'schen Gleichung. Sie ist gegeben, wenn die Durchflußzahl α konstant ist (unabhängig vom Gas und von Δp). Für die bei den Effusometern verwendeten Düsen ist das im allgemeinen nicht der Fall, vielmehr ist die Durchflußzahl stark von der für den jeweiligen Strömungszustand gültigen Reynolds'schen Zahl abhängig¹⁾. Dies macht sich insbesondere dann störend bemerkbar, wenn sich die Reynolds'schen Zahlen für die Ausströmung des Gases und der Luft wesentlich unterscheiden, wie dies besonders bei Dichtebestimmungen von wasserstoffreichen Gasen zutrifft. So liegen beispielsweise bei dem verbesserten Effusometer der BASF²⁾ die Verhältnisse für eine Düse mit 0,45 mm Durchmesser folgendermaßen: bei Luft beträgt die Reynolds'sche Zahl für den Beginn und das Ende der Ausströmung 1550 und 600, bei Wasserstoff (mit etwa 0,6 % N_2) entsprechend 950 und 400.

Zur Vermeidung der Fehlerquelle, die in der Abhängigkeit der Durchflußzahl von der Reynolds'schen Zahl begründet ist, wurden bisher verschiedene Wege eingeschlagen. P. Gmelin³⁾ berücksichtigte sie durch Korrektionstabellen, die einer ganz bestimmten, unter dem Mikroskop untersuchten Düsenform zugeordnet wurden. Buckingham und Edwards⁴⁾ versuchten, durch Erweiterung des De St. Venant-Wartzeal'schen Gesetzes die Fehlerquelle rechnerisch zu erfassen, indem

- 1) P. Kretschmer, Forschung 5, 150, 1932.
- 2) siehe P. Gmelin im Chemie-Ingenieur, II, 4, S. 26
- 3) s. a. O.
- 4) Bur. Stand. J. Res. 15, 573, 1920

Gru

sie noch die Wärmeableitung berücksichtigen. Nach einem Vorschlag von Schiller⁵⁾ wird die Gültigkeit des Bunsen'schen Gesetzes dadurch gewährleistet, daß das Gas bzw. die Luft in einen luftleeren Raum ausströmt. Auf diese Weise erhält man überkritische Entspannung, für welche die Durchflußzahl konstant ist. Schließlich wurde in einer jüngst erschienenen Arbeit von Wunsch und Herning⁶⁾ auf Grund der Annahme, daß das Gebiet der Veränderlichkeit der Durchflußzahlen bei den gebräuchlichen (Bunsen'schen) Effusimetern niemals ganz vermieden werden könne (von der Schiller'schen Methode abgesehen), die beste- hende Form des Effusionometers ganz verlassen und ein neues Gerät gebaut, bei dem das Ausströmen während einer Messung stets unter gleicher Geschwindigkeit und damit auch gleicher Reynolds'scher Zahl stattfindet. Für 2 verschiedene Gase sind diese Reynolds'schen Zahlen zwar verschieden, jedoch ist die Anord- nung so getroffen, daß sie größer als 1700 sind. In diesem Gebiet besitzen die verwendeten Düsen konstante Durchflußzahl.

Diese hier aufgeführten Wege befriedigen nicht restlos, da sie teils experimentell schwierig reproduzierbar sind, teils die sonst außerordentlich einfache Messung erschweren. Wir haben daher seit 1932 Versuche zur Hermitel- lung von Düsen unternommen, für welche die Durchflußzahl konstant ist. Diese Versuche führten durch doppelseitiges Abschneiden der Düsen, wie es in ähnlicher Weise für weite Düsen und zähe Medien von Witte und Beckmann⁷⁾ bereits früher getan wurde, zu einem vollen Erfolg. Seit 1932 werden bei uns nur noch Düsen dieser Art verwendet.

7. Meßverfahren.

Für die Wahl des Verfahrens zum Messen der Durchflußzahlen der Düsen ist die erforderliche Genauigkeit ausschlaggebend. Für sehr wasserstoffreiche Gase soll die Ungenauigkeit $\pm 0,1\%$ H_2 in H_2 mit etwa 1% H_2 -Gehalt nicht über steigen, entsprechend einen maximalen Fehler der Dichtemessung von etwa 1%. Will man dies erreichen, so muß die Durchflußzahl α auch $\pm 0,5\%$ konstant sein. Um aber diese Konstanz feststellen zu können, müssen die Durchflußzah- len in Abhängigkeit von der Reynolds'schen Zahl mindestens mit derselben Ge- nauigkeit, womöglich auf 0,1 bis 0,2% genau gemessen werden.

Das zunächst geprüfte Verfahren, das Gas in eine mit Wasser gefüllte Flasche bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit abzusaugen, hat nicht befrie- digt, da bei dieser Methode die Ungenauigkeit nicht unter 0,5 bis 1% gebracht werden konnte. Dagegen haben Versuche, die Gasströmung durch den Druckabfall

5) Forschung 4, 225, 1923
 6) Gas- und Wasserfach 79, 177, 1936
 7) Forschung 2, 297, 1931.

an einer Glasfilterplatte zu messen, zu guten Ergebnissen geführt. Es hat sich dabei gezeigt, daß die Strömung durch derartige Filterplatten das Poiseuille'sche Gesetz befolgt. Da jedoch der Durchmesser der Filterporen nicht groß ist gegen die mittlere freie Weglänge des Gases, tritt eine Gleitung des Gases ein⁸⁾, wodurch das durch das Filter gehende Gasvolumen vergrößert wird. Dieser Umstand muß durch eine Gleitkorrektur berücksichtigt werden. Man erhält damit die Strömungsgleichung

$$V_m = \frac{k \cdot \Delta p}{\eta} \left(1 + \frac{\beta}{p_m} \right) \quad (2)$$

Dabei bedeuten V_m das pro Zeiteinheit unter dem Mittelwert p_m der Drücke an beiden Filtersseiten durch das Filter hindurchströmende Gasvolumen, Δp die Druckdifferenz am Filter, k eine Filterkonstante, η die dynamische Zähigkeit des Gases und β die Gleitkonstante.

Für den praktischen Gebrauch ist es zweckmäßig, diese Gleichung etwas umzuformen. Führt man einen mittleren Barometerstand b ein, so wird die Größe $\frac{p_m - b}{b}$ für die in Frage kommenden Drücke klein und man kann daher mit ausreichender Genauigkeit schreiben

$$1 + \frac{\beta}{p_m} = 1 + \frac{\beta}{b \left(1 + \frac{p_m - b}{b} \right)} = 1 + \frac{\beta}{b} \left(1 - \frac{p_m - b}{b} \right) = \left(1 + \frac{\beta}{b} \right) \left(1 - \frac{p_m - b}{b} \frac{\beta}{b} \right)$$

Setzt man nun

$$k \left(1 + \frac{\beta}{b} \right) = k_0$$

und

$$\frac{\beta}{b^2} \frac{1}{1 + \frac{\beta}{b}} = \beta_0$$

so geht Gl. (2) über in

$$V_m = \frac{k_0}{\eta} \Delta p \left(1 - \beta_0 (p_m - b) \right) \quad (3)$$

mit k_0 als neuer Filter- und β_0 als neuer Gleitkonstanten. Nach vorhergehender Ermittlung dieser beiden Größen ist die durch das Filter strömende Gasmenge nach dieser Gleichung zu berechnen.

Der Aufbau der Meßeinrichtung ist denkbar einfach und ist in Abb. 1 schematisch dargestellt. Das Gas strömt an einer Sicherheitstauchung vorbei zuerst durch ein spiralförmiges Rohr, um auf die Temperatur der Apparatur gebracht zu werden, dann durch die Filterplatte und schließlich durch die Düse ins Freie. Das spiralförmige Rohr, die Filterplatte und die Düse befinden sich in einem Thermostaten (Wasserbad). Gemessen wurden die Drücke Δp_f an der Filterplatte, Δp_D an der Düse und die Temperatur T des Thermostaten, ferner der Barometerstand.

8) vergl. Kohlrausch, 17. Aufl., S. 124.

5. Eichung der Glasfilter.

Es wurden zwei Glasfilterplatten als Filter benutzt. Filter 1 hatte verhältnismäßig weite Poren, der Durchgang betrug etwa 1,4 ltr/min Luft bei 500 mm WS Druckdifferenz am Filter. Bei Filter 2 betrug der Durchgang bei der gleichen Druckdifferenz etwa 0,25 ltr/min.

a) Gleitkonstante β_0 . Die experimentelle Bestimmung der Gleitkonstanten geschah auf folgende Weise. Zwischen das Glasfilter und die Düse wurde eine Drosselstelle D (Abb. 2) in Form eines Hahnes eingebaut, ferner wurde der Druck nach dem Filter mit einem weiteren Manometer gemessen. β_0 wird dann bestimmt aus zwei Messungen mit gleicher Druckdifferenz an der Düse und damit gleicher Strömungsmenge, jedoch bei verschiedenen, durch passende Drosselung eingestellten mittleren Drucken p_m . Man erhält somit unter der Voraussetzung gleicher Temperaturen bei beiden Messungen (wegen ihres Einflusses auf die Zähigkeit) und gleicher Barometerstände für den ungedrosselten Zustand

$$V_m \cdot p_m = \frac{k_0}{\eta} \Delta p_F \cdot p_m [1 - \beta_0 (p_m - b)] \quad (4)$$

und für den gedrosselten Zustand entsprechend

$$V'_m \cdot p'_m = \frac{k_0}{\eta} \Delta p'_F \cdot p'_m [1 - \beta_0 (p'_m - b)] \quad (4a)$$

Nach dem allgemeinen Gasgesetz muß $V_m \cdot p_m = V'_m \cdot p'_m$ sein, so daß man nach einiger Umformung erhält

$$\beta_0 = \frac{\Delta p_F (p'_m - p_m) + p'_m (\Delta p'_F - \Delta p_F)}{p'_m \Delta p'_F (p'_m - b) - p_m \Delta p_F (p_m - b)} \quad (5)$$

Bei Filter 1 ergab sich $\beta_0 < 10^{-6}$, so daß die Gleichung nicht berücksichtigt zu werden brauchte. Bei Filter 2 betrug sie für Luft $2 \cdot 10^{-5}$, für Wasserstoff $2 \cdot 10^{-5}$. Ihr Einfluß auf Messungen mit hohen Druckdifferenzen am Filter war also merklich, betrug z.B. bei 600 mm WS für Luft 0,2 %, für Wasserstoff 0,4 %.

b) Filterkonstante k_0 . Die Bestimmung von k_0 geschah so, daß das in der Zeiteinheit unter konstanten Strömungsbedingungen durch das Filter gehende Gasvolumen V_1 durch Absaugen in eine Flasche mit Wasser, über das zur Fernhaltung von Wasserdampf Öl geschichtet war, gemessen wurde. Die Konstanz der Strömung wurde so erreicht, daß der Druck in der Flasche mit Hilfe einer äußerst empfindlichen Manometermessung dauernd gleich dem herrschenden Luftdruck b_0 gehalten wurde. Die Temperatur in der Flasche betrug θ_1 .

Es lat auch

$$V_{m1} = V_{m2} \frac{b_2}{b_1} \frac{\eta_{m1}}{\eta_{m2}}$$

und es ergibt sich zusammen mit Gl (5) für die Filterkonstante der Ausdruck

$$k_o = V_1 \frac{b_2}{\rho_m} \frac{T_m}{T_1} \frac{\eta_{m1}}{\Delta p_F} \frac{1}{1 - \beta_o(\rho_m - b)} \quad (6)$$

In dem sinngemäß T_m die Temperatur im Filter bedeutet. Diese k_o -Bestimmung wurde bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten (verschiedenen Δp) durchgeführt und mußte, bei richtiger Gleitkorrektur, ein und dieselbe Filterkonstante ergeben. Diese betrug bei Luft als Versuchsgas für Filter 1 $8,102 \cdot 10^{-8} \pm 0,28 \%$, für Filter 2 $1,478 \cdot 10^{-8} \pm 0,26 \%$.

c) Prüfung der Eichung. Es gibt eine sehr einfache Prüfung der Eichung der beiden Filterplatten, indem diese hintereinandergeschaltet werden und einmal das betreffende Gas erst durch Filter 1 und dann durch Filter 2 geleitet wird und hernach in der umgekehrten Richtung. Da bei diesem Versuch durch jedes Filter die gleiche Gasmenge strömt, liefert Gl.(6) (die Indizes beziehen sich auf die Filter)

$$\frac{k_{o1}}{k_{o2}} = \frac{\{\rho_m \Delta p_F [1 - \beta_o(\rho_m - b)]\}_2}{\{\rho_m \Delta p_F [1 - \beta_o(\rho_m - b)]\}_1} = const. \quad (7)$$

Bei unseren Versuchen war dieser Ausdruck auf 0,1 % konstant.

4. Reynolds'sche Zahl und Durchflußzahl.

Die für die Auswertung der Düsenmessungen erforderliche Reynolds'sche Zahl wurde auf den Düsendurchmesser d bezogen. Sie errechnet sich aus der Strömungsgeschwindigkeit w zu

$$Re_d = \frac{w \cdot d \cdot \gamma}{\eta}$$

Die Geschwindigkeit ergibt sich unter Zuhilfenahme der Gl.(3) zu

$$w = \frac{1}{d^2 \pi} \cdot \frac{k_o}{\eta} \frac{\rho_m}{b_o} \Delta p_F [1 - \beta_o(\rho_m - b)]$$

und man erhält somit

$$Re_d = \frac{4 k_o \delta}{d \pi \eta^2} \frac{\rho_m}{b_o} \Delta p_F [1 - \beta_o(\rho_m - b)] \quad (8)$$

Auf ähnliche Weise ergibt sich die Durchflusszahl α . Man findet

$$\alpha = \frac{k_0}{\eta} \frac{p_m}{b_0} \frac{\Delta p_m}{\sqrt{\Delta p_0}} [1 - \beta_0 (p_m - b)] \frac{4}{d^2 \pi} \sqrt{\frac{d}{2}} \quad (9)$$

Es ist dabei zu bemerken, daß als Bezugsdruck für die Volumina der Druck hinter der Düse ($= k_0$) gewählt wurde.

Eine Expansionsberichtigung⁹⁾ ist bei doppelseitig abgeschrägten Düsen schwer zu erfassen. Die kann 1 bis 2 % bei großen Strömungsgeschwindigkeiten erreichen. In der Praxis äußert sich die Vernachlässigung einer Expansionsberichtigung darin, daß die Meßpunkte bei großen Reynolds'schen Zahlen etwas zu hoch liegen. Hier ist auch der Grund zu suchen dafür, daß die mit Wasserstoff genommenen Meßpunkte bei großen Strömungsgeschwindigkeiten (Reynolds'sche Zahlen) etwas über denjenigen liegen, welche die Messungen mit Luft lieferten.

5. Messungen.

Die Messungen wurden durchgeführt mit Luft und fast reinem Wasserstoff, jeweils mit beiden Filtern. Es konnte so mit Luft ein Bereich der Reynolds'schen Zahl von etwa 120 bis 2400, mit Wasserstoff ein solcher von 60 bis 1600 erfaßt werden.

Abb. 3 zeigt die Meßergebnisse bei einer zylindrisch gebohrten, scharfkantigen Düse. Der Düsendurchmesser betrug 0,527 mm, die Dicke des Blättchens, in welches das Loch gebohrt und welches aus V2A-Material hergestellt wurde, 0,5 mm. Wie auch in den folgenden Abbildungen beziehen sich die Kreise auf Filter 1 und Luft, die Punkte auf Filter 2 und Luft, die Kreuze auf Filter 1 und Wasserstoff und schließlich die Dreiecke auf Filter 2 und Wasserstoff. Man sieht aus dieser Darstellung, daß diese Düsenform in dem ganzen untersuchten Bereich der Reynolds'schen Zahl keinen konstanten Beiwert zeigt. Der starke Abfall, den man vom Arbeiten mit regelrechten "Düsen" her kennt, beginnt bereits bei etwa $Re_d = 1300$. Der gleiche Befund zeigt sich auch bei einer ebenfalls zylindrisch gebohrten Düse, deren Einlaufseite jedoch unter 90° angeschragt war: lichter Durchmesser 0,510 mm, angeschragter Durchmesser 0,570 mm. Die zu dieser Düsenform gehörende Kurve zeigt Abb. 4. Der einzige Unterschied gegen den vorhergehenden Fall ist der, daß die Durchflusszahl höher liegt. Wie man sich leicht überlegen kann, müssen solche Düsen beim Gebrauch zur Dichtebestimmung in einem Effusiometer üblicher Bauart zu falschen Ergebnissen führen: Die Gase, insbesondere wasserstoffreiche, erscheinen zu schwer.

In Abb. 5 sind die Ergebnisse wiedergegeben mit einer an der Einlaufseite scharfkantigen, an der Auslaufseite unter 90° angeschragten Düse, welche somit

⁹⁾ Chemie-Ingenieur II, 2, S. 201.

gleiches Aussehen hat wie die gewöhnlichen Normblenden. Die Durchflußzahl ist hier konstant bis herab zu $Re_d = 1000$ und steigt bei kleineren Reynolds'schen Zahlen etwas an, wie dies von den Verhältnissen bei Normblenden her bekannt ist. Die Durchflußzahl liegt bei 0,626, ist also bedeutend kleiner als bei den beiden anderen, bereits besprochenen Düsenformen (0,73 und 0,82). Bei der Verwendung im Effusiometer würde diese Düse bei wasserstoffreichen Gasen eine zu kleine Dichte vortäuschen.

Schließlich ist in Abb. 6 die Meßkurve zu sehen, welche mit unserer neuen Effusiometerdüse erhalten wurde. Diese Düse besitzt beiderseits Anschrägungen unter 90° , stellt also eine Kombination der in Abb. 4 und 5 gezeigten Fälle dar. Der lichte Durchmesser der Düse betrug 0,457 mm, der angeschrägte Durchmesser an der Einlaufseite 0,514 mm, die Stärke des Blättchens wie bei den übrigen Düsen 0,5 mm. Das Bohren und Schleifen der Düse geschah mit äußerster Vorsicht unter Kontrolle mit dem Mikroskop zur Vermeidung unrunder Stellen und von Graten jeder Art. Wie die Abb. 6 erkennen läßt, ist damit eine sehr große Verbesserung der Verhältnisse erzielt, die Durchflußzahl der Düse ist vollkommen konstant bis herab zu etwa $Re_d = 300$ und fällt bis $Re_d = 175$ (was einen Überdruck von nur etwa 11 mm WS bei Wasserstoff entspricht) nur um etwa 0,5 % ab. Eine derartige Düse gibt also bei Verwendung in einem Effusiometer richtige Dichtewerte.


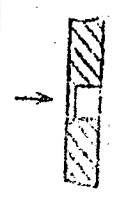
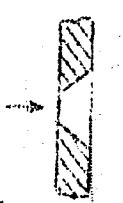
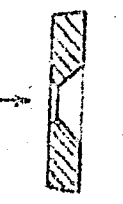
In Abb. 7 sind die 4 Fälle nochmals zusammengestellt unter Fortlassung der Meßpunkte, um die Änderung des qualitativen Verlaufes der Durchflußzahl mit den Düsenformen klar erkennen zu lassen. In dieser Abbildung sind auch die Bereiche der Reynolds'schen Zahl eingetragen, welche bei dem BASF-Effusiometer sowohl beim Betrieb mit Luft als auch bei dem mit Wasserstoff auftreten. Ferner ist aus der oben erwähnten Arbeit von Wansch und Herning die entsprechende Kurve für eine doppelseitig abgerundete Düse (Vorschlag von M. Schmid) übernommen und gestrichelt eingetragen, um die Verhältnisse bei dieser Düsenform denjenigen bei den besprochenen Formen gegenüberzustellen.

6. Verwendung der doppelseitig abgeschrägten Düse als Effusiometerdüse.

Wie man aus den mitgeteilten Ergebnissen sieht, erfüllt die doppelseitig abgeschrägte Düse die Bedingung, die zu Beginn dieser Arbeit aufgestellt wurde: Konstanz der Durchflußzahl in dem ganzen in Frage kommenden Bereich der Reynolds'schen Zahlen. Mit den gleichen Düsen, welche bei den vorliegenden Untersuchungen benutzt wurden, haben wir mit dem BASF-Effusiometer Dichtemessungen an zwei wasserstoffhaltigen Gasen durchgeführt und die Ergebnisse mit den mit der Dichtewaage des einen von uns¹⁰⁾ ermittelten Werten verglichen. Es ergeben sich die in der Tabelle I enthaltenen Zahlen.

10) E. Lehrer, Zt. f. phys. Chemie 163, 73, 1933.

Tabelle 1.

Düsen- form	Dichte in kg/m^3 (15°C , 755 mm Hg)		Abweichung %
	mit Dichtewaage	mit Effusimeter	
 (Abb. 3)	0,0848	0,0894	+ 5,4
	0,2128	0,2180	+ 2,4
 (Abb. 4)	0,0848	0,0881	+ 3,9
	0,2128	0,2159	+ 1,5
 (Abb. 5)	0,0848	0,0844	- 0,5
	0,2128	0,2091	- 1,7
 (Abb. 6)	0,0902	0,0904	+ 0,22
	0,1915	0,1910	- 0,26

Schließlich seien in der folgenden Tabelle 2 noch die Befunde einiger anderer unserer Effusimeterdüsen, die wir in der letzten Zeit herstellten, wiedergegeben, um an Hand weiterer Beispiele die Brauchbarkeit dieser Düsenform zu zeigen.

Tabelle 2.

Lfd. Nr.	Dichte in kg/m^3		Lfd. Nr.	Dichte in kg/m^3	
	Dichtewaage	Effusimeter		Dichtewaage	Effusimeter
1	0,0906	0,0908	5	0,0902	0,0904
	0,1872	0,1868		0,2045	0,2040
2	0,0906	0,0907	6	0,0902	0,0902
	0,1872	0,1870		0,2045	0,2047
3	0,0902	0,0900	7	0,0902	0,0903
	0,2045	0,2028		0,2045	0,2052
4	0,0886	0,0887	8	0,0902	0,0904
	0,2045	0,2035		0,1915	0,1910

7. Zusammenfassung.

Es wird über die Verwendung von doppelseitig unter 90° angeschrägten Düsen für Dichtebestimmungen mit dem Effusiometer berichtet und gezeigt, daß für diese Düsenform das Bunsen'sche Ausströmungsgesetz bis zu ganz kleinen Reynolds'schen Zahlen Gültigkeit besitzt. Die Düsen haben konstante Durchflußzahl bis herab zu Reynolds'schen Zahlen (bezogen auf den Düsendurchmesser) von etwa 300, bei $Re_d = 175$ beträgt die Abweichung erst 0,3 %. Es wird ferner eine Meßmethode angegeben, mit der es möglich ist, die Abhängigkeit der Durchflußzahl von der Reynolds'schen Zahl auf 0,3 % genau zu messen.

Rechen
Rindmiller

6 Anlagen.

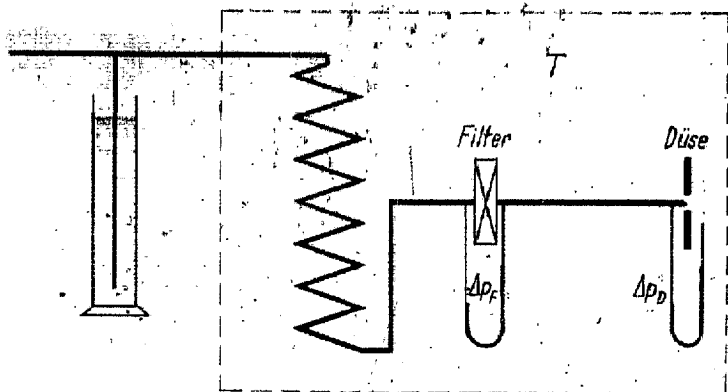


Abb. 1

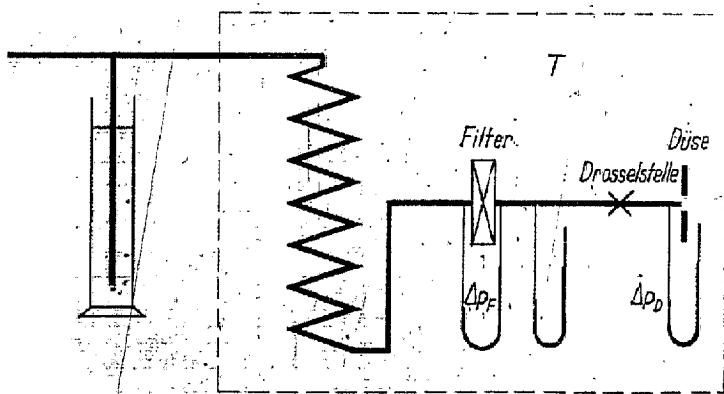


Abb. 2

8364

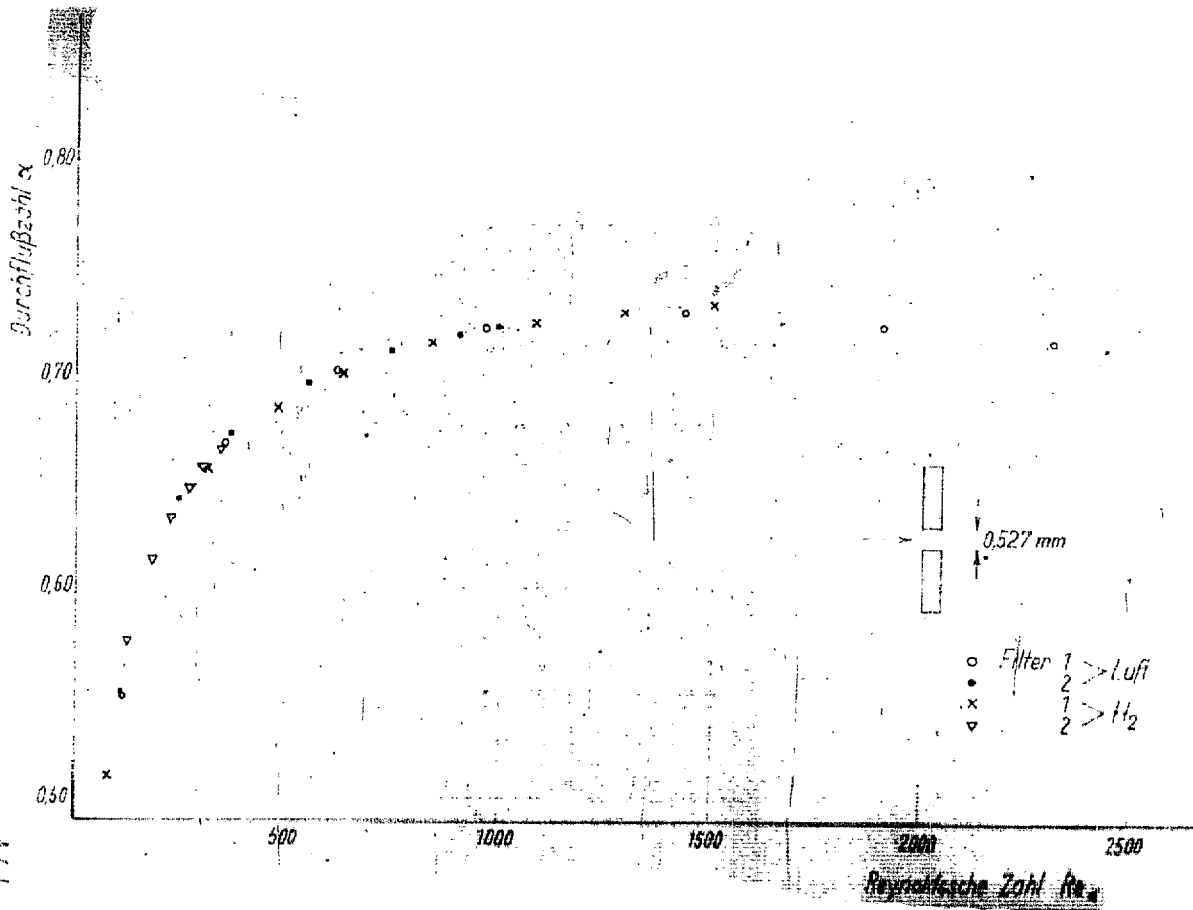


Abb. 3

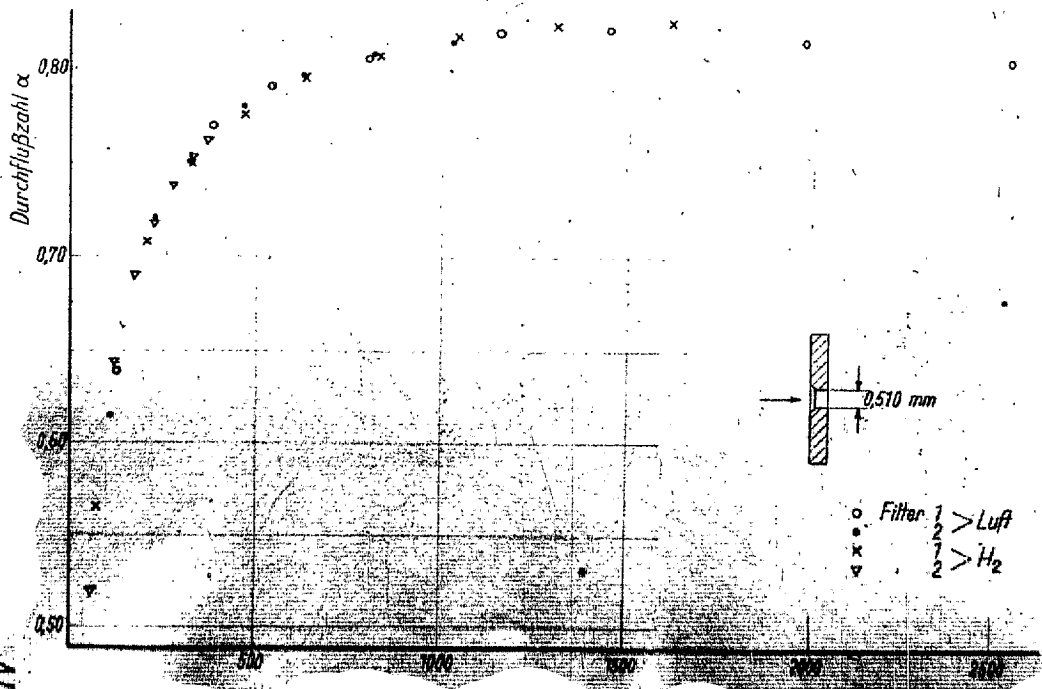
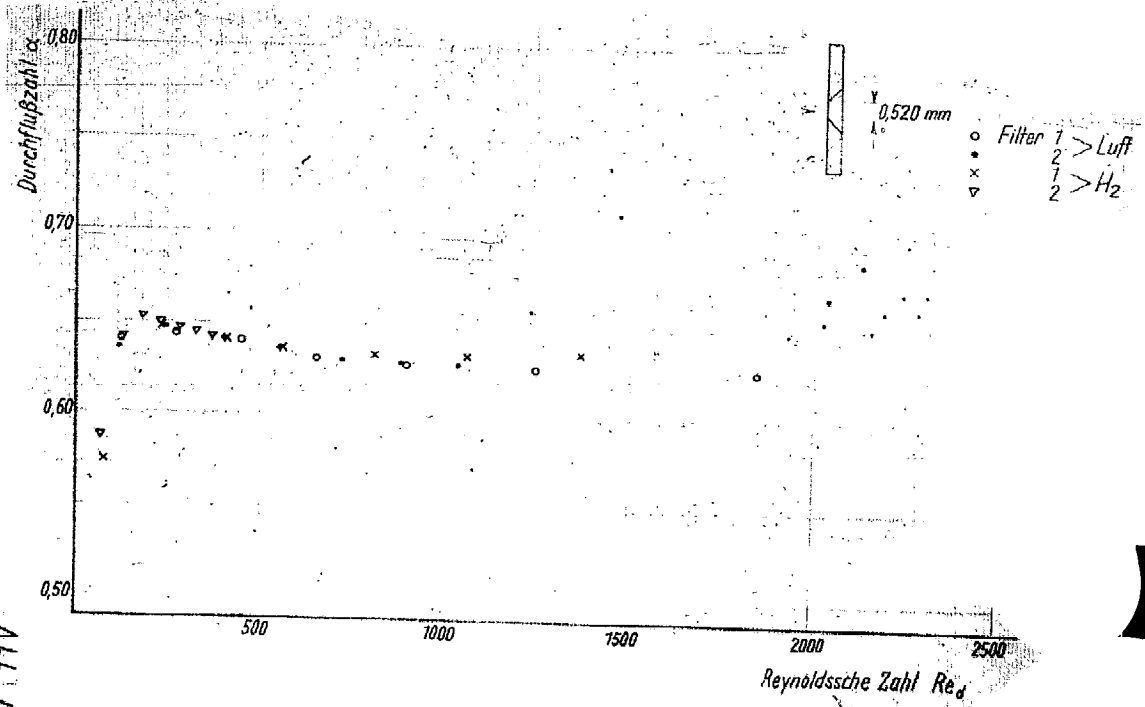


Abb. 5



6000

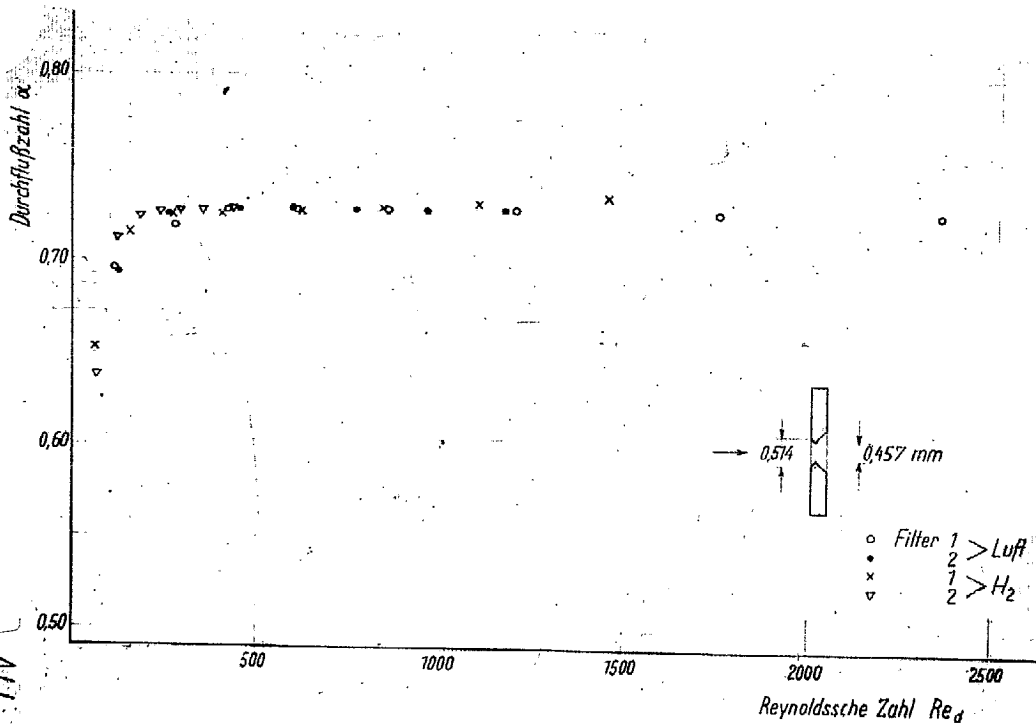


Abb. 6

8367

8265

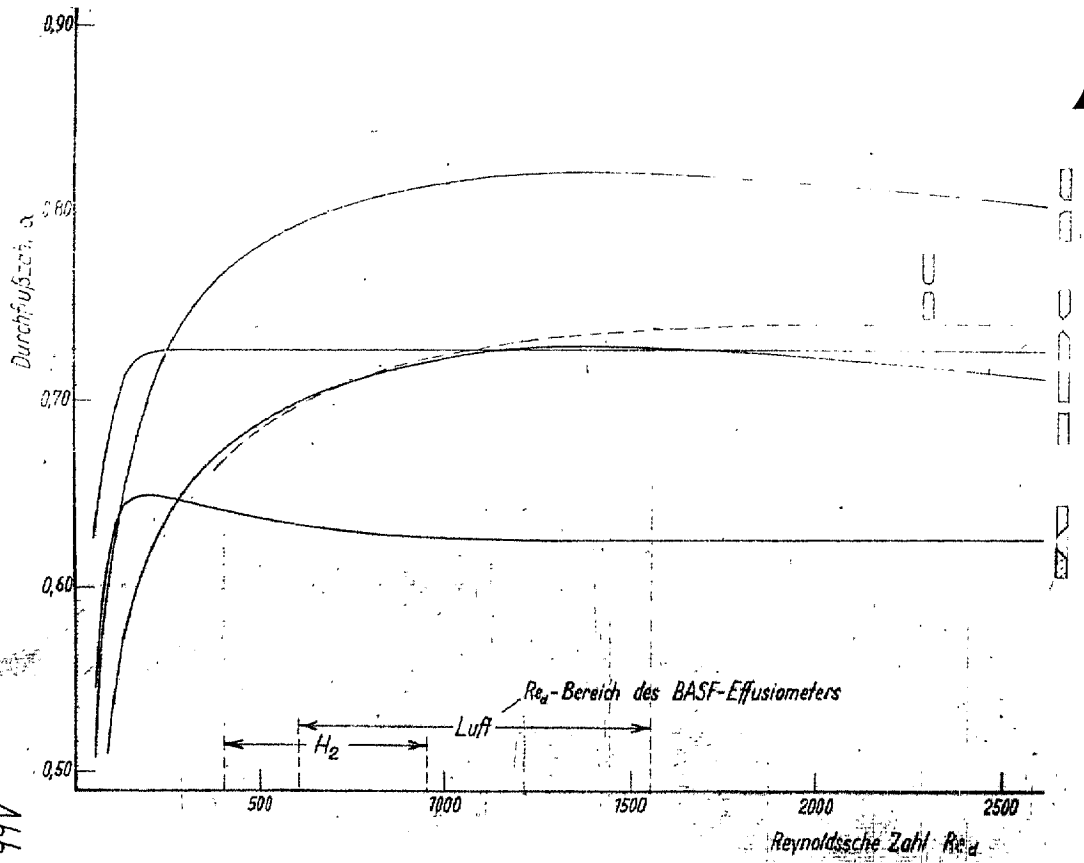


Abb. 7

Reynoldssche Zahl Re_d